

EMIL OLEWICZ, JERZY SALBERT

BADANIE STRUKTUR ROZPADU AUSTENITU PRZECHŁODZONEGO  
NA MIKROSKOPIE ELEKTRONOWYM

Streszczenie: W pracy przedstawiono wyniki badań strukturalnych produktów izotermicznego rozpadu austenitu przechłodzonego stali 40HM. Badania przeprowadzono na mikroskopie elektronowym przy użyciu jednostopniowych replik mowitalowych. Określono wpływ przechłodzenia na charakter wydzielań w zakresie perlitycznym i bainitycznym.

## 1. W S T Ę P

Ogólnie znany jest fakt istnienia ścisłej zależności pomiędzy własnościami a strukturą stali. Zależność ta szczególnie korzystnie objawia się w stalach po hartowaniu izotermicznym, co skłoniło wielu metaloznawców do badania wpływu tego rodzaju obróbki cieplnej na kinetykę przemiany oraz budowę struktury.

Obserwacje prowadzone początkowo na mikroskopie optycznym pozwoliły ustalić jedynie pewne ogólne różnice w obrazie struktur, nie dając możliwości wykrycia szczegółów ich budowy wewnętrznej. Zagadnienie to rozwiązało dopiero wprowadzenie do badań strukturalnych mikroskopu elektronowego, który okazał się szczególnie przydatny do ujawniania szczegółów struktur bainitycznych. Systematyczne badania na mikroskopie elektronowym połączone z obserwacją postaci wyodrębnionych cząstek, przynosiły coraz to nowe dane z zakresu kinetyki przemian oraz szczegóły o kształtach składników strukturalnych.

Mimo licznych prac zagadnienie kinetyki rozpadu austenitu przechłodzonego nie jest jeszcze w pełni wyjaśnione. Problemem dyskusyjnym jest między innymi kwestia fazy kierującej przemianą w różnych zakresach temperatur.



## 2. PRZEGLĄD PIŚMIENICTWA

Ogólnie biorąc na przemianę austenitu przechłodzonego składają się dwa zasadnicze zjawiska. Pierwsze z nich polega na przemianie płaskocentrycznej sieci austenitu na ferryt o sieci przestrzennie centrycznej, drugie - na wydzielaniu się węgla podczas przemiany austenitu w ferryt.

Z przemianą austenitu wiąże się dyfuzyjny proces rozrostu wydzieleni. Wielkość i postać wydzielonych składników uwarunkowana jest temperaturą przemiany. Oprócz temperatury na powstanie i rozrost wydzieleni wywiera wpływ również czas. Łączny wpływ czasu i temperatury można rozpatrywać jako wpływ szybkości chłodzenia. W zależności od stopnia przechłodzenia przemiana austenitu zachodzi według odmiennych mechanizmów w trzech zakresach temperatur. Zakresy te zależą w dużym stopniu od składu chemicznego stali. Między poszczególnymi zakresami, szczególnie między perlitycznym i bainitycznym nie ma na ogół wyraźnej granicy tzn. przemiany wzajemnie się nakładają.

Przemiana perlityczna polega na procesach dyfuzyjnych w wyniku których z rozrastających się zarodków, powstaje zespół płytek cementytu i ferrytu.

Szybkość zarodkowania przemiany perlitycznej zależna jest od wzrastającego ze spadkiem temperatury przesylenia austenitu węglem, stopnia przechłodzenia oraz malejącej z temperaturą szybkości dyfuzji. Czynnikiem ostatni wpływa również na wielkość ziarn powstającego perlitu [1]. Powiększanie obszarów perlitu odbywa się przez rozrost istniejących wydzieleni cementytu i ferrytu oraz tworzenie się nowych zarodków [1,2], przy czym krystalizacja przebiega w kierunku najmniejszego oporu i niezależnie od orientacji pierwotnego ziarna austenitu. Obserwuje się przy tym szybszy wzrost płytek cementytu, co sugeruje iż jest on fazą kierującą przemiany perlitycznej. Hipotezę tę sformułował A. HULTGRÉN [3] po dokonaniu szczegółowej analizy dotychczasowych wyników badań. Jakkolwiek pogląd ten popierają również inni autorzy [4,5], istnieją publikacje przypisujące rolę fazy kierującej ferrytowi [2,6].

Proces zarodkowania rozpoczyna się na ogół w miejscach defektów ziarn austenitu, najczęściej na granicach ziarn [1]. Wynika stąd, że przemiana perlityczna przebiega szybciej w stalach drobnoziarnistych. Przyspieszeniu przemiany sprzyjają również występujące w stali nierozpuszczone węgliki oraz zanieczyszczenia [7]. Przemiana perlityczna zaczyna się tuż



poniżej  $A_1$  i przebiega ze wzrastającą szybkością w miarę spadku temperatury. Struktura staje się bardziej drobnoziarnista, co uwidacznia się wielkością obszarów perlitu oraz grubością płytek składników. W temperaturze około  $550^{\circ}\text{C}$  szybkość przemiany osiąga wartość maksymalną i przemiana kończy się w stosunkowo krótkim czasie. Przy dalszym przechłodzeniu następuje ponowny spadek intensywności przebiegu oraz zmiana charakteru przemiany perlitycznej.

Rozpad przechłodzonego austenitu w zakresie bainitycznym. Na przemianę austenitu w zakresie bainitycznym składa się dyfuzyjny proces wydzielenia węgla oraz bezdyfuzyjna przebudowa sieci  $\gamma$  w  $\alpha$ .

Bainit można zdefiniować jako wydzielenia węglików typu  $\text{Me}_3\text{C}$  w osnowie ferrytu [8], przy czym istnieje związek między kierunkiem układania się węglików i krystalizacji osnowy [8, 9]. W bainicie górnym węgliki układają się równoległe do osi igły natomiast w bainicie dolnym tworzą z nią pewien kąt, który wg HABRAKENA wynosi ok.  $65^{\circ}$ , a wg PICKERINGA ok.  $60^{\circ}$ . Stwierdzono również kierunkową zależność krystalograficzną ziarn bainitu i austenitu pierwotnego [2,10,11].

Oдноśnie fazy kierującej w przemianie bainitycznej ogólnie przyjęta jest hipoteza HULTGRENA. Podaje on, że przemiana inicjowana jest zarodkiem ferrytu, przy czym ziarna bainitu nie przerastają zwykle poza obręb pierwotnego ziarna austenitu. Hipotezę HULTGRENA potwierdzają także inni autorzy [2,4]. W jednej z prac przedstawiono pewne poglądy o jednośnie pochodzenia wydzieleni węgla.

Ustalono, że wydziela się on ze wzbogaconych obszarów austenitu, a nie jak ogólnie przypuszczano z przesyconego ferrytu [4]. W przeciwieństwie do struktury perlitycznej w bainicie, szczególnie dolnym, występuje pewna ilość austenitu szczątkowego [8,9], co upodabnia przemianę bainityczną do przemiany martenzytycznej.

### 3. BADANIA WŁASNE

Cel pracy. Praca niniejsza miała na celu przeprowadzenie badań wpływu przechłodzenia na charakter struktur powstających podczas izotermicznego rozpadu austenitu w stali niskostopowej. Do badań użyto stali 40HM, której skład chemiczny przedstawiono w tablicy 1.



Tablica 1

## Skład chemiczny badanej stali

Gatunek stali	%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Cr	%Ni	%Mo
40HM	0,44	0,78	0,37	0,010	0,004	1,16	0,15	0,10

Obróbka cieplna oraz przygotowanie próbek i preparatów. Próbki o wymiarach  $\phi$  15 x 15 mm toczono z prętów okrągłych, poddanych uprzednio zmiękczeniu.

Austenityzację próbek przeprowadzono w temperaturze 840°C/25 min., po czym przenoszono je do kąpieli solnej o określonej temperaturze.

Parametry izotermicznej obróbki cieplnej (tablica 2) dobierano z wykresu CTP (rys.11). Po obróbce izotermicznej próbki

Tablica 2

## Oznaczenie próbek i parametry obróbki cieplnej

Oznaczenie próbek	Parametry austenitizacji (°C/min.)	Temperatura grzania izotermicznego (°C)	Czas wygrzania (sek)
9.4	840/25	700	700
3.4	840/25	650	660
5.4	840/25	600	6000
7.4	840/25	550	15000
8.4	840/25	500	1000
8.2	840/25	450	4000
0.4	840/25	400	380
0.11	840/25	380	660

oziębiano w wodzie. Z próbek obrobionych cieplnie zdejmowano warstwę około 2 mm, celem usunięcia skutków utlenienia i uniknięcia niejednorodności struktury. Powierzchnie próbek przygotowane w ten sposób szlifowano na papierach ściernych, a następnie polerowano przy zastosowaniu past diamentowych. Zgłady do badań metalograficznych na mikroskopie optycznym trawiono 2% roztworem alkoholowym HNO<sub>3</sub>. W celu przeprowadze-



nia obserwacji na mikroskopie elektronowym, ze zglądów trawionych 2% roztworem  $\text{HNO}_3$  w alkoholu amyłowym, wykonywano jednostopniowe repliki mowitalowe (0,5 g mowitalu na 100 ml chloroformu). Repliki zdejmowano mechanicznie, przy pomocy pincety, wzmacniając je uprzednio warstewką kolloidum. Oddzielone błonki przemywano w 20% roztworze  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , celem rozpuszczenia wyekstrahowanych cząstek, po czym przemywano je w wodzie destylowanej, suszono i poddawano cieniowaniu. Błonek wzmacniającą usuwano przez rozpuszczanie jej w octanie amyłowym. Tak przygotowane repliki wykawiano na siatki preparatowe, suszono i obserwowano na mikroskopie elektronowym.

#### 4. WYNIKI BADAŃ

Jakkolwiek obserwacje przeprowadzone na mikroskopie optycznym wykazały różnice struktur w zależności od temperatury przemiany izotermicznej, szczegóły budowy skałdników strukturalnych leżą poza zakresem zdolności rozdzielczej mikroskopu.

Dalsze badania przeprowadzono na mikroskopie elektronowym przy powiększeniach od 5000 + 10000 x. Wyniki tych badań przedstawiają się następująco:

Po obróbce izotermicznej w temperaturze  $700^\circ\text{C}$  strukturę próbek stanowi perlit oraz ziarna ferrytu (rys.1 i 2). Wydzielenia cementytu, wewnątrz oraz na granicach ziarn, posiadają kształt płytek oraz utworów globulitycznych często wydłużonych.

Na rys.1 i 2 widoczne są jaśniejsze ziarna martenzytu powstałego z nieprzemienionego austenitu podczas oziębiania próbek w wodzie.

Struktura próbek hartowanych izotermicznie w temperaturze  $650^\circ\text{C}$  nie różni się pod względem występujących faz od struktur poprzednich, jednak wydzielenia cementytu zarówno płytkowe jak i globulityczne są znacznie mniejsze (rys.3). W porównaniu z temperaturą  $700^\circ\text{C}$  wzrosła ilość wydzieleni globulitycznych, natomiast zmalała ilość oraz wielkość ziarn ferrytu properlitycznego.

Obniżenie temperatury przemiany do  $600^\circ\text{C}$  powoduje dalszy wzrost dyspersji obydwu postaci wydzieleni cementytu. Widoczne jest porządkowanie się wydzieleni według pewnej orientacji krystalograficznej (rys.4).

Rys.5 przedstawia strukturę po identycznej obróbce cieplnej lecz o jeszcze większej dyspersji cząstek. Z porównania



tych obrazów można wnioskować, że przedstawiają one odmienne rodzaje struktur.

Hartowanie izotermiczne próbek w temperaturze  $550^{\circ}\text{C}$  wywołuje dalsze zmiany w strukturze stali. Węglik zatraca swój charakter płytkowy, przechodząc w utwory globulityczne i łuskowe, układające się w pewnym uporządkowaniu w osnowie ferrytu (rys.6).

Strukturę próbki hartowanej izotermicznie w temperaturze  $500^{\circ}\text{C}$  przedstawia rys.7. Wydzielenia cementytu zachowują kształt globulityczny, jednak w pewnych obszarach obrazu przyjmują postać cienkich płytek, układających się równolegle względem siebie.

Rys.8 przedstawia strukturę próbki obrobionej izotermicznie w temperaturze  $450^{\circ}\text{C}$ . Widoczne są na szarym tle igły bainitu górnego drobne globulityczne oraz igiełkowe węglik. Wydzielenia węglików nadal zachowują układ równoległy względem siebie.

Postać wydzieleni w temperaturze  $400^{\circ}\text{C}$  jest odmienna (rys.9). Ciemnoszare tło obrazu stanowi osnowa ferrytyczna o powierzchni pomarszczonej, wskazującej na tworzenie się nowych, nie całkowicie wykrystalizowanych cząstek. Granice ziarn ferrytu zaznaczają drobne wydzielenia, tworzące miejscami linię ciągłą. Obraz wskazuje, że również wewnątrz niektórych ziarn ferrytu zaszły częściowo pewne procesy wydzieleniowe.

Obniżenie temperatury przemiany do  $380^{\circ}\text{C}$  powoduje dalszy rozwój procesów wydzieleniowych oraz koagulację cząstek, lecz w różnym stopniu w poszczególnych ziarnach. Ziarna przyjmują postać wydłużonych, niekiedy zaokrąglonych utworów, a wydzielone w nich cząstki posiadają kształt łusek, płytek oraz drobnych igieł. Poszczególne ziarna rozdzielone są nieprawnymi się, jasnymi pasmami, nie wykazującymi jakichkolwiek szczegółów świadczących o procesach wydzieleniowych.

## 5. DYSKUSJA WYNIKÓW I WNIOSKI

Przeprowadzone badania wykazały, że podczas przemiany izotermicznej w zakresie temperatur od A<sub>1</sub> do M<sub>1</sub> powstają trzy zasadnicze grupy struktur, różniące się między sobą pewnymi osobliwymi cechami; w poszczególnych grupach występują przy tym również różnice struktur w zależności od temperatury przemiany.

W zakresie perlitycznym cementyt wydziela się w dwojakiej postaci: pasemkowej ciągłej oraz przerywanej, przy czym nie-



## OPIS STRUKTUR



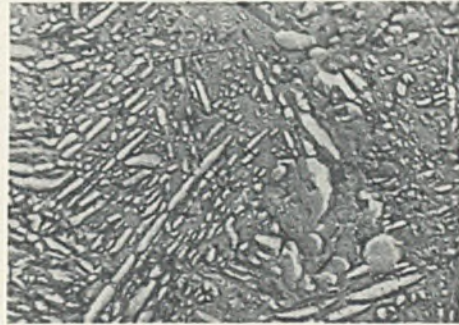
1



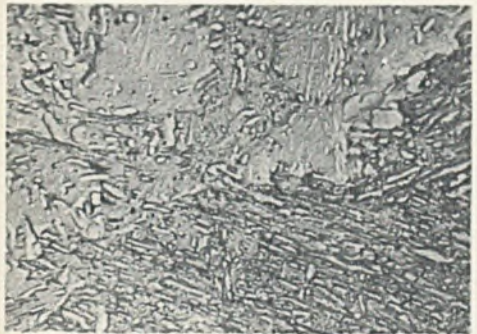
2



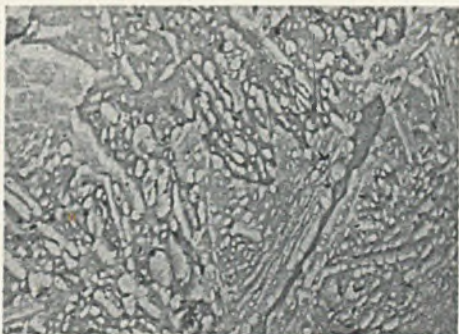
3



4



5

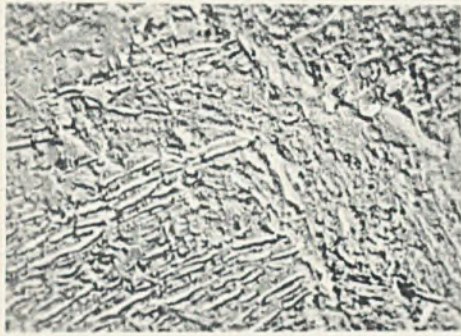


6

Nr rys.	Nr zglądu	Trawienie	Struktura	Powiększenie X	
				P <sub>e</sub>	P <sub>ef</sub> <sup>*)</sup>
1	9.4	2% HNO <sub>3</sub> 40 sek.	W osnowie ferrytu wydzielenia cementytu o budowie płytkowej i globulitycznej; ciemne ziarno properlitycznego ferrytu; obszary jaśniejsze — martenzyt.	6000	9000
2	9.4	2% HNO <sub>3</sub> 40 sek.	Struktura jak na rys. 1 lecz obserwowana w innym miejscu preparatu.	6000	9000
3	3.4	2% HNO <sub>3</sub> 40 sek.	Perlit oraz ferryt properlityczny. W porównaniu z rys. 1 i 2 — wzrost ilości wydzielen cementytu w postaci globulitycznej oraz zmniejszona grubość wydzielen płytkowych.	6000	9000
4	5.4	2% HNO <sub>3</sub> 45 sek.	Na tle ferrytu jasne węglki układające się w pewnych uprzywilejowanych kierunkach. W porównaniu z rys. 3 — zmniejszona ilość wydzielen pasemkowych — miejscami widoczne wydzielienia w postaci globulitycznej (płatkowej). Zanik wolnego ferrytu.	6000	9000
5	5.4	2% HNO <sub>3</sub> 45 sek.	Struktura jak na rys. 4, lecz wzrost dyspersji cząstek.	6000	9000
6	7.4	2% HNO <sub>3</sub> 40 sek.	W osnowie ferrytu wydzielienia węglków o kształcie płytkowym i globulitycznym, ułożone w pewnym uporządkowaniu.	6000	9000



OPIS STRUKTUR



7



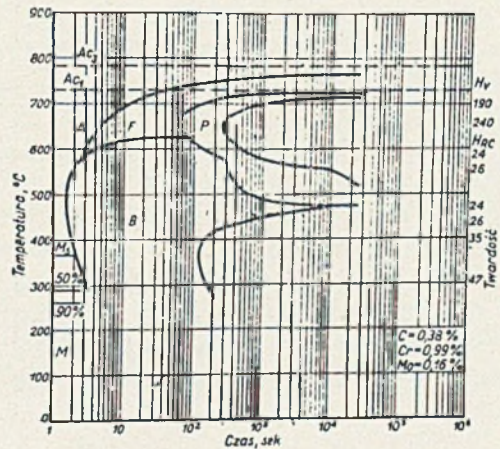
8



9



10



Rys.11. Wykres CTP stali 40 HM

Nr rys.	Nr zgiadu	Trawienie	Struktura	Powiększenie X	
				P <sub>e</sub>	P <sub>ef</sub> *)
7	8.4	2% HNO <sub>3</sub> 40 sek.	Równoległy układ wydzielen węglików o kształcie płytkowym, miejscami widoczne wydzielenia globulityczne.	6000	9000
8	8.2	2% HNO <sub>3</sub> 50 sek.	Igła bainitu dolnego. W szarej osnowie utworzonej z wysokodispersyjnych cząstek, występują wydzielenia węglików w postaci globulitycznej i płytkowej.	6000	9000
9	0.4	2% HNO <sub>3</sub> 45 sek.	W osnowie przesyconego ferrytu, wykazującego pewną podstrukturę, nierównomiernie rozłożone węglik o różnym kształcie.	6000	9000
10	0.11	2% HNO <sub>3</sub> 30 sek.	Fragmenty wydłużonych ziarn ferrytu na tle których wydzielone są węglik różniące się znacznie wielkością oraz kształtem. Jasna, nietrawiąca się obwódka ziarn — prawdopodobnie austenit szczątkowy.	6000	9000

\*) Powiększenie elektronowe + powiększenie fotograficzne.



które cząsteczki przybierają postać globulityczną (rys.1). Zjawisko to objawia się szczególnie wyraźnie przy obróbce izotermicznej tuż poniżej  $A_1$ . Powstawanie globulitów można tłumaczyć tym, że w tej temperaturze z jednej strony pojawia się duża ilość zarodków cementytu, z drugiej zaś strony warunki termiczne sprzyjają dyfuzji i koagulacji wydzieleni.

Obniżenie temperatury obróbki izotermicznej w zakresie perlitycznym prowadzi do wydzielenia cementytu o podobnej postaci z tą jednak różnicą, że płytki są cieńsze a cząstki globulityczne mniejsze. Wydzielenia cementytu gromadzą się na granicach ziarn tworząc przerywaną siatkę. Świadczy to, że zarodki powstają najpierw na granicach ziarn, gdzie budowa krystaliczna zawiera wiele defektów. Struktura perlitu z dolnego zakresu wykazuje dalsze zmiany w budowie. Wyraźnie maleje ilość cementytu płytkowego na korzyść utworów globulitycznych. Struktura ta miejscami przypomina sorbit (rys.3). Wiele tych cząstek leży poza zdolnością rozdzielczą mikroskopu optycznego, ich średnia wielkość jest rzędu  $0,2\mu$ .

Obniżenie temperatury przemiany do  $600^\circ\text{C}$  zmienia charakter układania się cząstek oraz ich postać. Jeżeli w zakresie perlitycznym rozmieszczały się one przypadkowo, teraz przybierają układ równoległy, przy równoczesnym dalszym wzroście dyspersji. Zależnie od temperatury przemiany wielkość wydzielenych cząstek spada w wielu przypadkach poniżej  $0,1\mu$  (rys.4 + 7). Zjawisko to tłumaczy ciągły wzrost twardości struktury.

Największe zmiany w strukturze zachodzą w czasie przemiany poniżej  $450^\circ\text{C}$ , czyli w zakresie bainitu dolnego. Znałe z badań metalograficznych na mikroskopie optycznym duże ciemnotrawiące się igły bainityczne wykazują na mikroskopie elektronowym wyraźną podstrukturę, złożoną ze skoagulowanych oraz wysokodispersyjnych wydzieleni węglików, rozmieszczonych równomiernie na tle igły (rys.8 i 10). Wydzielenia węglików w igłach bainitu dolnego układają się miejscami względem siebie pod kątem około  $60^\circ$  w przeciwieństwie do bainitu górnego gdzie tworzą układ równoległy.

Opierając się na wynikach przeprowadzonych badań, stwierdza się pełną przydatność replik mowitalowych do śledzenia procesów rozpadu austenitu na drodze mikroskopu elektronowej.



## LITERATURA

- [1] Houdremont E.: Handbuch der Sonderstahlkunde, Springer-Verlag, Berlin, 1956 r.
- [2] Modin S.: Electron Microscopy, Stockholm, 1960 r.
- [3] Hultgren A.: Trans. Amer. Soc. Met., 39/1947, str. 915-1005.
- [4] Schrader A., Wever F.: Arch. f. Eisenhüttenw., 23/1952 r, str.489-495.
- [5] Mehl R., Dube A.: The Eutektoid Reaction in Phase Transform. in Solids, 1950 r.
- [6] Nicholson E.: J. of Metals, 6/1954 r. str.1071-1074.
- [7] Scheil B.: Arch. f. Eisenhüttenw., 38/1934 r. str.565-567.
- [8] Habraken L.: Vierter Internat. Kongr. f. Elektronenmikr., Springer-Verlag, Berlin, 1960 r.
- [9] Pickering F.: Vierter Internat. Kongress f. Elektronenmikr., Springer-Verlaf, Berlin 1960 r.
- [10] Hofman W., Schumacher G.: Arch. f. Eisenhüttenw., 26/1955 r. str.99-104.
- [11] Smith G.: Trans. Amer. Inst. Min. Met. Engrgs., 150/1952 r, str.211-226.



## ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИ ПОМОЩИ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА СТРУКТУР РАСПАДА ПЕРЕОХЛАЖДЕН- НОГО АУСТЕНИТА

С помощью электронного микроскопа исследовано структуры распада переохлажденного аустенита стали 40 ХМ. Определено влияние переохлаждения на характер выделений в области перлитной и бейнитной превращений.

Констатировано, что в области перлитного превращения от  $A_1$  до  $600^\circ$  выделяется цементит в виде пластинок, которых толщина зависит от температуры превращения. В области бейнитного превращения карбиды имеют вид продольных творов (верхний бейнит) ориентированных в определенных направлениях. Нижний бейнит характерный высоко дисперсными выделениями карбидной фазы, ориентированными под некоторым углом.

## ELEKTRONENOPTISCHE UNTERSUCHUNGEN DES ZWISCHEN- STUFENGEFÜGES

Das Gefüge eines niedriglegierten Cr-Mo-Stahles nach isothermischer Härtung wurde untersucht und beschrieben. Insbesondere die Gestalt und Form der ausgeschiedenen Karbidphase in Abhängigkeit verschiedener Temperaturen wurde erläutert.